## DIESEL PARTICULATE FILTER

Publication Number: 09-125931 (JP 9125931 A), May 13, 1997

## **Inventors:**

- КОЛМА КОІСНІ
- MURACHI MIKIO
- KONDO TAKUYA
- OGAWARA SEIJI

# **Applicants**

• TOYOTA MOTOR CORP (A Japanese Company or Corporation), JP (Japan)

Application Number: 07-283342 (JP 95283342), October 31, 1995

# International Class (IPC Edition 6):

- F01N-003/02
- F01N-003/08

## **JAPIO Class:**

- 21.2 (ENGINES & TURBINES, PRIME MOVERS--- Internal Combustion)
- 32.1 (POLLUTION CONTROL--- Exhaust Disposal)

# JAPIO Keywords:

- R037 (CHEMISTRY--- Exhaust Gas Denitration)
- R131 (INFORMATION PROCESSING--- Microcomputers & Microprocessers)

# **Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To arrest diesel particulates and absorb NOx concurrently without causing any increase of pressure loss by forming a diesel particulate filter out of a material containing porous oxide with an NOx absorbent carried thereon.

SOLUTION: Regarding the structure of this diesel particulate filter(DPF), a DPF forming material with an NOx absorbent carried thereon is used to form DPF. In other words, this DPF is made to carry the NOx absorbent on the division surface thereof and the surface of a fine hole in the division, thereby applying both NOx absorbing and particulate arresting functions to a single compact without any increase in pressure loss. In this case, one material selected from lithium, sodium, potassium. calcium, lanthanum and the like are, for example, mentioned as the NOx absorbent. Also, alumina, silica-alumina, zeolite and the like are used as the porous oxide.

#### **JAPIO**

© 2002 Japan Patent Information Organization. All rights reserved. Dialog® File Number 347 Accession Number 5511131

BEST AVAILABLE COPY

THIS PAGE BLANK (USPTO)

## (19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-125931

(43)公開日 平成9年(1997)5月13日

(51) Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	FΙ			技術表示箇所	
F01N 3/0	02 301		F01N	3/02	301	E	
					301	Z	
3/08			3/08 A				
	AVAIL	ARIE -	oderate Alla D		the transfer of the	O. (A 5 E)	
		OF COP	マン 著登前求	未前来	耐邪児の数 l	OL (全 5 頁)	
(21)出願番号	特顧平7-283342		(71)出顧人	0000032	207		
				トヨタ自	自動車株式会社		
(22)出顧日 平成7年(1995)10月31日 愛知県				愛知県豊	知県豊田市トヨタ町1番地		
	•		(72)発明者	小島	<b>Ę</b>		
				愛知県盟	豊田市トヨタ町	1番地 トヨタ自動	
				車株式会	<b>会社内</b>		
			(72)発明者	村知 草	<del>幹夫</del>		
				爱知県野	豊田市トヨタ町	1番地 トヨタ自動	
				車株式会	会社内		
			(72)発明者	近藤	石也		
				愛知県	20日市トヨタ町	1番地 トヨタ自動	
				車株式会	会社内		
			(74)代理人	弁理士	石田 敬 (	外2名)	
						最終頁に続く	

#### (54) 【発明の名称】 ディーゼルパーティキュレートフィルター

## (57)【要約】

【課題】 圧力損失を増大させることのない、NOx吸収能を有するディーゼルパーティキュレートフィルターを提供する

【解決手段】 形成したDPFにコート材を介してNO x 吸収剤を担持させるのではなく、DPF形成前にNO x 吸収剤を多孔質酸化物に担持させ、この多孔質酸化物よりDPFを成形することにより、圧損を増加させることなく、NOx 吸収とパーティキュレートの捕集を達成することのできるDPFを提供する。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 NO、吸収剤を担持させた多孔質酸化物を含有する材料より形成されたディーゼルパーティキュレートフィルター。

### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、ディーゼルエンジンの排気ガス中に含まれるパーティキュレートとNOx成分を効果的に除去することのできるディーゼルパーティキュレートフィルター(以後DPFとする)に関する。

#### [0002]

【従来の技術】ディーゼルエンジンは非常に空燃比の高い領域、いわゆるリーン領域で運転が行われるため、COとHCの排出量が少ない反面、NOxとパーティキュレートの排出量が多く、これらを低減することが課題となっている。

【〇〇〇3】このNO、を低減する方法として、排気ガスの空燃比がリーンのときにはNO、を吸収し、排気ガスの酸素濃度が低下すると吸収したNO、を放出するNO、吸収剤をディーゼル機関の排気通路内に配置することが知られている。すなわち、このNO、吸収剤の場に排気ガス中のNO、を吸収させ、NO、吸収剤の吸収効率が低下したときに排気ガスの流入を遮断してNO、吸収剤に還元ガスを供給し、NO、吸収剤から吸収したNO、を放出させると共にこの放出されたNO、の還元浄化を行っている。

【0004】また、パーティキュレートを低減する方法 としては、ディーゼルエンジンの排気通路に、図1に示 すようなDPFを配置して排気ガス中のパーティキュレ ートを捕集することが知られている。このフィルター は、多数のセル(貫通孔)の両端のうちの一方において 交互にプラグ2で栓詰めが施されており、排気ガスの入 口端において栓詰めされているセル3は出口端では開放 され、逆に入口端で開放されているセル4は出口端で栓 詰めされている構造を有している。そしてこの互いに隣 り会うセルの隔壁5には、排気ガスは通過できるがパー ティキュレートは通過できない程度の細孔が存在してい る。このような構造のフィルターに排気ガスが流入する と、図1 bに示すように、入口端が開放されている排気 ガス入口側のセル4に流入した排気ガス6は必ず隔壁5 を通過するため、この排気ガス入口側のセルの隔壁上で パーティキュレートは捕集される。捕集されたパーティ キュレートはヒータ加熱等により着火燃焼するか、又は フィルターに担持させた触媒の作用によって自己燃焼さ せることによって除去される。

【0005】特開平6-272541号公報には、上記のようなDPFの隔壁表面にNOx吸収剤をコート層を介して担持させた構成のDPFが開示されている。このようなフィルターを用いることにより、排気ガス中のパ

ーティキュレートを捕集するとともに、NO<sub>x</sub>を吸収 し、パーティキュレートとNO<sub>x</sub>の低減を可能にしている。

#### [0006]

【発明が解決しようとする課題】DPFに必要とされる機能は、パーティキュレートの捕集効率が高い、圧力損失が低い、耐久性が高い、量産性がある等が挙げられるが、上記のようにNO、吸収剤をコート層を介して担持させた構成のDPFでは圧力損失が大きくなってしまい、燃費の低下等を招き好ましくない。また、NO、吸収剤を別のユニットとしてDPFと組み合わせることも考えられるが、排気ガスを通過させる触媒コンバータの数を増やすほど圧力損失は大きくなることが知られており、また装置が大掛かりとなりコストが上昇することもあり、別々のユニットとして組み合わせることも好ましくない。

【0007】本発明は、上記の問題に鑑み、圧力損失の 増大を招くことなくパーティキュレートの捕集とNOx の吸収を同時に行うことのできるDPFを提供すること を目的とする。

#### [0008]

【課題を解決するための手段】本発明によれば、NO、吸収剤を担持させた多孔質酸化物を含有する材料より形成されたディーゼルパーティキュレートフィルターが提供される。NO、吸収剤をDPF形成材料に、DPF形成前に担持させておき、この材料を用いてDPFを形成することにより、従来のようにコート層を設けることなくNO、吸収剤をDPFの隔壁表面及び隔壁内の排気ガスが通過する細孔の表面に担持させることができる。その結果、コート層を設けていないので圧力損失を増大させることなく、NO、吸収能とパーティキュレート捕集能の2つの機能を1つの成形体に持たせることができる。

#### [0009]

【発明の実施の形態】本発明に用いられる $NO_x$  吸収剤は、従来より内燃機関の排気ガス浄化用に用いられているものであり、流入する排気ガスの空燃比がリーンのときには $NO_x$  を吸収し、流入する排気ガスの酸素濃度が低下すると吸収した $NO_x$  を放出するものである。その例としては、例えばリチウム、ナトリウム、カリウム、セシウムのようなアルカリ金属、カルシウム、バリウムのようなアルカリ土類金属、ランタン、イットリウムのような希土類元素より選ばれた少なくとも1種が挙げられる。

【0010】このNO、吸収剤を担持させる多孔質酸化物としては、従来より触媒担体用に使用されている各種のもの、例えばアルミナ、シリカーアルミナ、ゼオライト、コーディエライト、層状酸化物等を使用することができる。この多孔質酸化物は、50Å以下の孔径の気孔を有するものであることが好ましい。孔径が50Åより大き

いと表面積が十分ではなく、担持させるNO、吸収剤の量を十分なものとすることができないからである。また、NO、吸収剤はこの気孔内に担持させるものであるため、この気孔の孔径は、NO、吸収剤であるアルカリ金属元素の大きさ、すなわち2~3Åより大きいことが必要であり、10Å以上であることが好ましい。

【0011】一般的に使用されているゼオライトの気孔の径は10Åに満たないものであり、本発明において使用するには好ましくない。そこで、本発明では、多孔質酸化物としてゼオライトを使用する場合には、特開平4-238810号公報に記載されている層状シリカー金属酸化物多孔体(以後FSMとする)を使用することが好ましい。このFSMは、珪素四面体 $SiO_4$ の層間架橋が形成された構造を有し、孔径が10Å以上の多数の気孔を備え、かつ前記層状結晶に珪素と異なる金属原子が結合することにより発現した固体酸性を備えている。このFSMは、珪素四面体 $SiO_4$ の層状結晶の層間に、所望の気孔の大きさに対応する大きるの、形成される気孔の大きさを任意に設計することができる。

【0012】NO、吸収剤をこの多孔質酸化物に担持させる方法は、触媒を担体に担持させる通常の方法、例えば含浸法、イオン交換法、吸着法等を使用することができる。このNO、吸収剤に加えて、従来より排気ガス浄化用触媒として使用されている貴金属、例えば白金、パラジウム、ロジウム等を担持させてもよい。この貴金属を担持させることにより、得られたDPFは、パーティキュレートの捕集及びNO、の吸収と共に、排気ガス内のHC及びCOを酸化し、浄化することができる。

【0013】こうしてNO、吸収剤を担持させた多孔質酸化物を用い、必要によりアルミナゾル、水ガラス、リン酸アルミ、シリカゾル等の無機バインダーを加え、通常の押出成形法によってハニカムフィルターを形成し、図1に示すように各セルの入口及び出口を1つおきにプラグで栓詰めを施して本発明のDPFを形成する。

【0014】図2に本発明のDPFを使用する内燃機関の排気浄化装置の一実施例を示す。図2において、7はディーゼルエンジン、8は吸気通路、9は排気通路をそれぞれ示す。吸気通路8内には吸気絞り弁10が設けられ、この吸気絞り弁10は通常時は全開されており、NOx吸収剤の再生を行う際に閉弁され、エンジン7の吸入空気量を絞り、NOx吸収剤に流入する排気流量を低減する。これにより、排気中の酸素を消費してNOx吸収剤雰囲気の酸素濃度を低下させるために必要な還元剤の量が低減される。図中、11に示すのは吸気絞り弁10を駆動するアクチュエータである。

【0015】排気通路9の途中には、DPF1が配置されている。12はDPF1の上流側の排気通路9に還元剤を供給してNOx吸収剤に流入する排気空燃比をリッ

チにするための還元剤供給装置である。還元剤としては、水素、一酸化炭素等の気体、プロパン、プロピレン、ブタン等の液体もしくは気体の炭化水素、ガソリン、軽油、灯油等の液体燃料等を使用することができる。ここでは還元剤としてディーゼルエンジンの燃料である軽油が使用され、還元剤供給装置12はエンジン燃料系統から供給された燃料を排気通路9内に霧状に噴射するノズルを備えている。

【0016】DPF1と還元剤供給装置12との間の排気通路9には排気温センサ13が配置され、この排気温センサ13の検出信号は電子制御ユニット(ECU)14に入力される。ECU14は、CPU(中央演算装置)、RAM(ランダムアクセスメモリー)、ROM(リードオンリーメモリー)、入出力ポートを双芳香バスで接続した公知の形式のデジタルコンピュータからなり、燃料噴射制御等のエンジンの基本制御を行う他、本実施例ではNO、吸収剤の再生、パーティキュレートの燃焼、NO、吸収剤の被毒解消等の制御をも行っている。これらの制御を行うため、ECU14は、吸気体絞り弁10を駆するアクチュエータ11及び還元剤供給装置12を制御して、吸気体絞り弁10の開閉と還元剤供給装置12からの還元剤の供給の調節を行う。

【0017】DPF1は、上記のようにして製造したものであり、その隔壁上の気孔内には $NO_x$  吸収剤が担持されている。この $NO_x$  吸収剤は流入排気ガスの空燃比がリーンのときには $NO_x$  を吸収し、流入排気ガス中の酸素濃度が低下するとこの吸収した $NO_x$  を放出する $NO_x$  の吸放出作用を行う。

【0018】本実施例ではディーゼルエンジンが使用されているため、通常時の排気空燃比はリーンであり、 $NO_{\mathbf{x}}$  吸収剤は排気ガス中の $NO_{\mathbf{x}}$  の吸収を行う。また、還元剤供給装置12からDPF1の上流側の排気通路に還元剤が供給され、流入排気の空燃比がリッチになると $NO_{\mathbf{x}}$  吸収剤は吸収した $NO_{\mathbf{x}}$  の放出を行う。放出された $NO_{\mathbf{x}}$  は排気ガス中の未燃HCもしくはCOと反応して $N_{\mathbf{z}}$  に還元浄化される。

【0019】次いで、排気空燃比をリーンにしてDPF 1に捕集されたパーティキュレートの燃焼が行われ、DPF 1は高温になる。このとき、 $NO_x$  吸収剤も高温になる。一般に、 $NO_x$  吸収剤が高温になるとリーン雰囲気下においても $NO_x$  吸収剤から $NO_x$  が放出されるようになるが、パーティキュレートの燃焼は $NO_x$  吸収剤から $NO_x$  が放出された後に行われるため、このパーティキュレートの燃焼時には $NO_x$  は放出されず、従って未浄化の $NO_x$  が大気中に放出されることがない。

[0020]

【実施例】以下のようにして本発明に係るDPFを製造した。気孔径25Åを有する上記FSMにカリウムを16重量%、さらに白金を3.2 重量%担持させ、これにアルミナゾル12重量%、水ガラス8重量%、及び可塑剤として

エチルセルロース4重量%を加え、押出成形を行いハニカムフィルター状に成形した。これを200 ℃で乾燥し、セルの入口と出口を1つ置きにプラグで栓詰めを施した後、900 ℃で焼結し、本発明のDPFを得た。このDPFはセル数23セル/cm²(150 セル/平方インチ)、壁厚200 μm、隔壁の平均細孔径45μm であり、直径200mm、長さ180mm であった。

【0021】このDPFを図3に示すように2.4 リットルのエンジンに取り付け、エンジン条件を2000rpm、トルク80nmで一定として10時間運転し、図4のフローチャ

ートに示すルーチンによって排気ガス浄化率及びシステムの圧力損失を測定した。また、比較として、上記で製造した栓詰めを施さないハニカムフィルターと従来より使用されているコーディエライト製のDPFとを組み合わせて、図5に示すようにエンジンに取り付け、上記と同様にして排気ガス浄化率及びシステムの圧力損失を測定した。これらの結果を表1に示す。

[0022]

【表1】

		システムの			
	NOx	CO	нс	パーティキュレート	圧力損失
本発明	75%	8 3 %	78%	75%	5 5 mmHg
比 较	63%	82%	79%	7 B %	1 3 0 mmHg

【0023】上記表の結果から明らかなように、本発明のDPFは、従来のDPFと触媒コンバータを組み合わせた装置と比較して、1つのユニットで同程度の排気ガス浄化率を達成することができ、その一方で圧力損失を大幅に低下することができる。

#### [0024]

【発明の効果】本発明のDPFは、このDPFを構成する材料自体がNO、吸収剤を有しているため、排気ガス中のパーティキュレートを捕集すると同時に排気ガス中のNO、を吸収することができ、かつ従来のようにDPFを成形後にコート材を介してNO、吸収剤を担持させるのではなく、成形前に担持させておくことにより、成形体そのものがNO、吸収剤となるため圧力損失の増大を防ぐことができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】DPFの構造を示す略図であり、aは正面図、bは横断面図である。

【図2】本発明のDPFを用いる排気浄化装置を示す図 である。

【図3】本発明のDPFの評価に用いる排気浄化システムの図である。

【図4】DPFの評価における操作を示すフローチャー

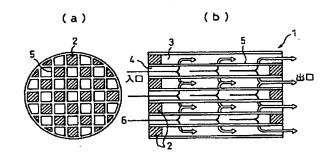
トである。

【図5】従来のDPFとNO、吸収剤を含む触媒コンバータとを用いた排気浄化システムの図である。

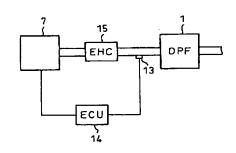
#### 【符号の説明】

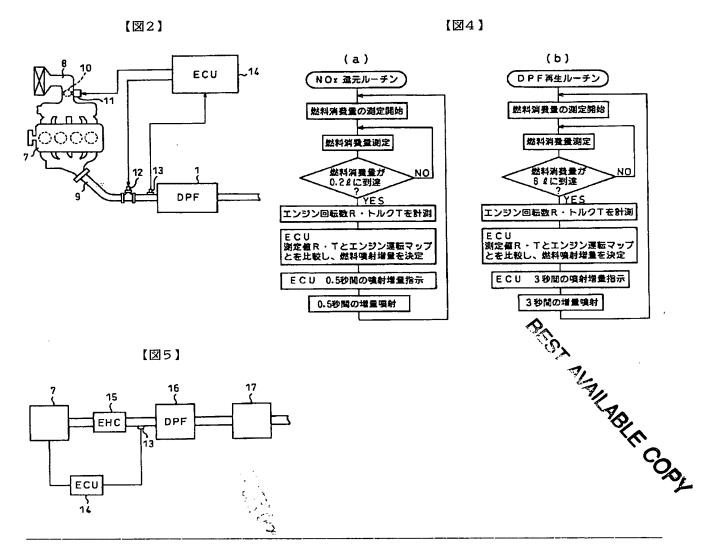
- 1…ディーゼルパーティキュレートフィルター
- 2…プラグ
- 3…排気ガス流入セル
- 4…排気ガス流出セル
- 5…隔壁
- 6…排気ガス
- 7…ディーゼルエンジン
- 8…吸気通路
- 9…排気通路
- 10…吸気絞り弁
- 11…アクチュエータ 12…還元剤供給装置
- 13…排気温センサ
- 14…電子制御ユニット
- 15…改質器
- 16…コージエライト製DPF
- 17…NOx 吸蔵触媒コンバータ

【図1】



【図3】





フロントページの続き

(72)発明者 大河原 誠治 愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動 車株式会社内

Constant Market State of the St

· Walter